

## 动物源性食品中炔草酯的测定

### 1、适用范围

适用于肉及肉制品中炔草酯的测定。（本实验选用样品为猪肉）

参考标准：《GB 23200.60-2016 食品安全国家标准 食品中炔草酯残留量的测定》

### 2、溶液的配制

炔草酯标准品储备液：准确称取 10mg 炔草酯标准品，用丙酮溶解并定容至 10mL。浓度为 1mg/mL。

炔草酯标准中间液：准确移取 0.1mL 标准品储备液，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 10mg/L。

炔草酯标准使用液：准确移取 1.0mL 标准品中间液，用丙酮稀释至 10mL，浓度为 1mg/L。

### 3、提取步骤

称取 5g 样品（取肌肉组织搅碎、混匀）于 50ml 具塞离心管中，加入 10g 无水硫酸钠（650℃灼烧 4h），加入 30mL 乙酸乙酯/环己烷（1/1）。在匀浆机上匀浆 5min，涡旋混匀 5min，超声提取 30min，8000r/min 离心 5min，将有机相全部移至旋转蒸发瓶中；残渣中再次加入 30mL 乙酸乙酯/环己烷（1/1），重复提取一次，合并有机相于旋转蒸发瓶中，35℃浓缩至 1mL 左右。将残液取出，用乙酸乙酯-环己烷（1：1）定容至 5mL。待净化。

### 4、净化步骤

凝胶渗透色谱条件如下：

|          |                                     |
|----------|-------------------------------------|
| GPC 仪器型号 | 月旭 Sail1000-ZBXY2050 凝胶色谱仪          |
| 凝胶色谱柱    | 月旭 Bio-Beads S-X3 凝胶色谱柱，规格 25×400mm |
| 流动相      | 乙酸乙酯-环己烷（1:1）                       |

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

|      |             |
|------|-------------|
| 流速   | 5.0 mL /min |
| 进样量  | 5.0mL       |
| 收集时间 | 16-24min    |
| 波长   | 254nm       |



将待净化液经凝胶色谱柱以乙酸乙酯-环己烷（1:1）洗脱，流速 5mL/min，收集 16-24min 流分，将其旋转蒸发至 5mL 左右，用氮气吹除溶剂，丙酮定容至 1mL。经 0.22  $\mu$  m 滤头过滤后，留待 GC 分析。

## 5、注意事项

- 1) GPC 柱启用前以 1mL/min 冲洗 1-2h 后使用效果更佳。
- 2) 加标水平：5g 样中，添加 0.1mL 1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.02mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.1mg/L。

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 6、色谱条件

|              |                                                     |
|--------------|-----------------------------------------------------|
| 仪器型号         | Panna A91                                           |
| 色谱柱          | WM-1301, 30.0m×0.25mm×0.25 μ m                      |
| 进样口温度        | 260℃                                                |
| 检测器 (ECD) 温度 | 300℃                                                |
| 载气           | N <sub>2</sub>                                      |
| 进样方式         | 不分流进样                                               |
| 载气流量         | 2.0mL/min                                           |
| 进样量          | 2μL                                                 |
| 升温程序         | 100℃ 初温, 10℃/min 升到 200℃, 5℃/min 升到 260℃, 保持 10min; |

## 7、色谱图或者加标回收率结果

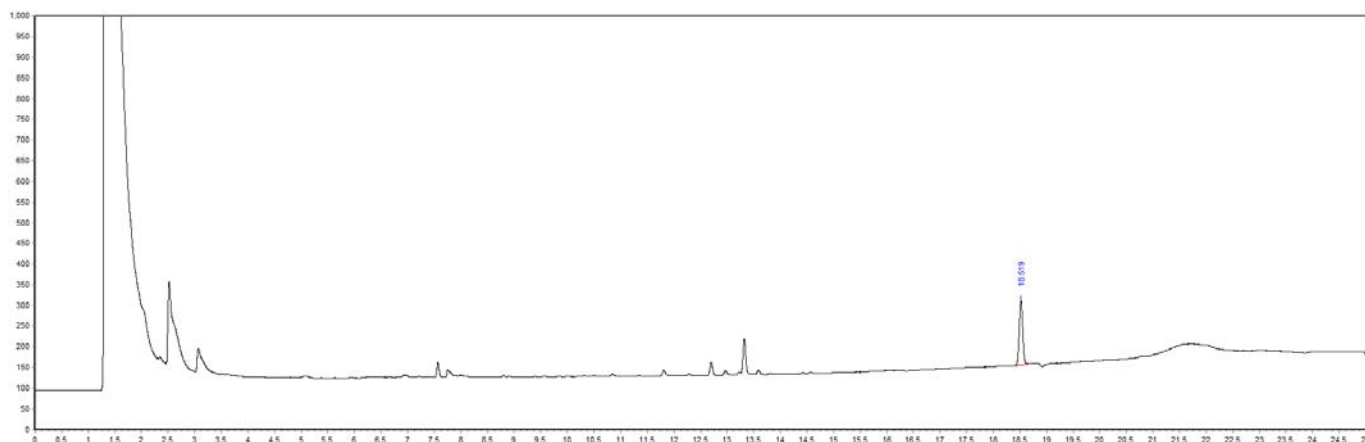


图 1.炔草酯标准品 0.1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

| 序号 | 峰名称 | 保留时间<br>/Min | 峰高<br>/Hz | 峰面积<br>/[Hz*s] | 相对峰面积<br>/% | 分离度 | 塔板数 |
|----|-----|--------------|-----------|----------------|-------------|-----|-----|
|----|-----|--------------|-----------|----------------|-------------|-----|-----|

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

|   |     |        |        |        |     |   |        |
|---|-----|--------|--------|--------|-----|---|--------|
| 1 | 炔草酯 | 18.519 | 157.18 | 705.98 | 100 | 0 | 382858 |
|---|-----|--------|--------|--------|-----|---|--------|

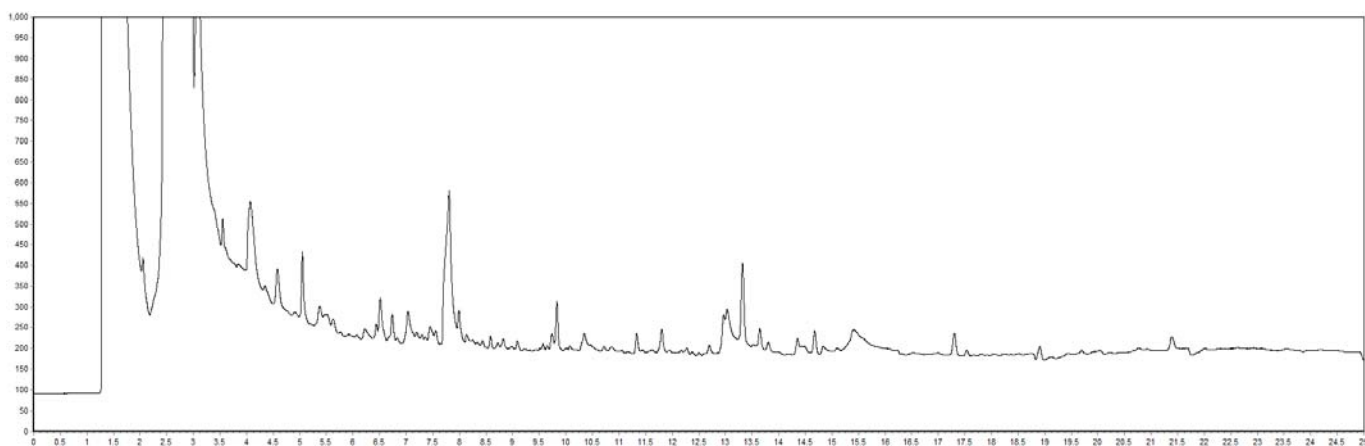


图 2.猪肉样品空白图谱

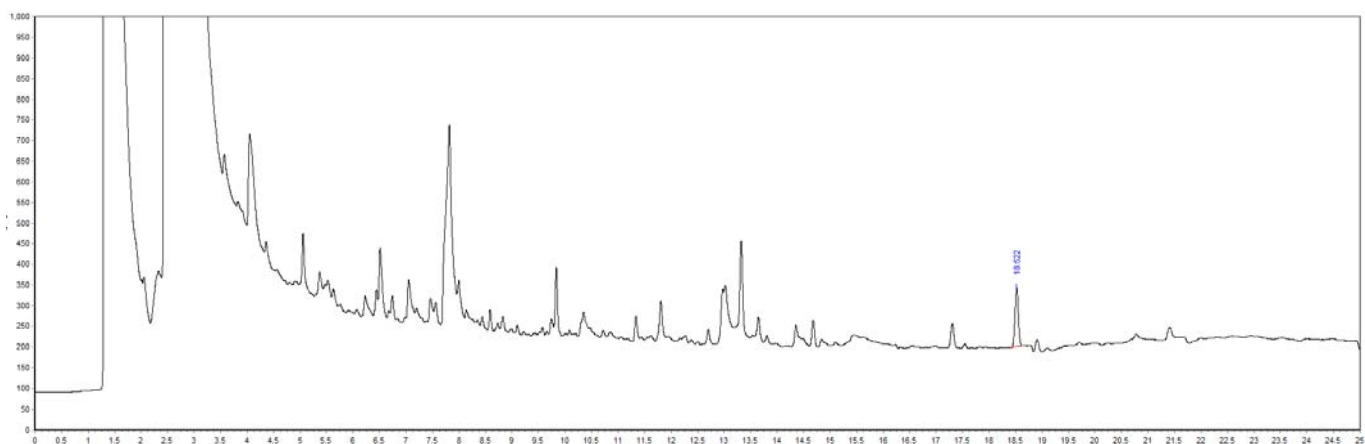


图 3.猪肉样品加标 20.0ng/g 图谱

表 2：加标回收率

| 分类  | 加标水平 ng/g | 回收率/% | RSD (n=2) /% |
|-----|-----------|-------|--------------|
| 炔草酯 | 20        | 84.99 | 1.09         |

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 8.相关产品信息

| 货号          | 名称           | 规格                                             |
|-------------|--------------|------------------------------------------------|
| 00000-30016 | 50mL 螺口尖底离心管 | 50 支/包                                         |
| 00000-30013 | 15mL 螺口尖底离心管 | 100 支/包                                        |
| 00824-31001 | Welch 固相萃取装置 | 12 位方缸                                         |
| 00821-32291 | 盖子+垫片        | 预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺<br>纹开口盖中心孔 6mm 100pk |
| 00821-40927 | 样品瓶          | 2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处<br>11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk   |
| 00802-02201 | 针头式过滤器       | 进口 NY,13mm*0.22μm,100pk                        |
| 03905-22001 | 气相色谱柱        | WM-1301 30m*0.25mm*0.25um                      |
| 00823-00002 | GPC 凝胶色谱柱    | Welch Bio-Beads SX3 400*25mm                   |
|             | 炔草酯标准品       | CAS: 105512-06-9                               |

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com